

BEST AVAILABLE COPY

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-202242

(43)Date of publication of application : 04.08.1998

(51)Int.Cl.

C02F 1/00
 B01F 1/00
 C01B 5/00
 C02F 1/66
 C02F 1/66
 G05F 1/00
 H01L 21/304

(21)Application number : 09-010682

(71)Applicant : NGK INSULATORS LTD
 N G K FUJITETSUKU KK

(22)Date of filing : 23.01.1997

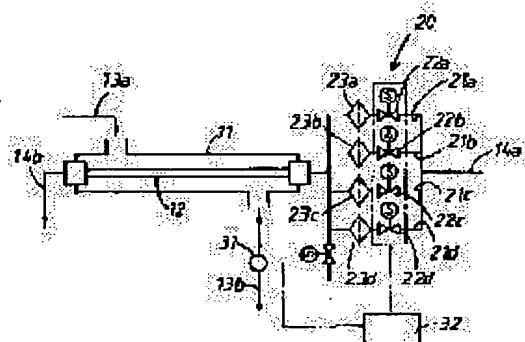
(72)Inventor : IWABUCHI MUNEYUKI
 HISANAMI SHINJI

(54) METHOD FOR REGULATING SPECIFIC RESISTANCE OF ULTRAPURE WATER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To improve the regulating accuracy of specific resistant value by dividing the flow rate of a gaseous CO₂ into the first flow rate content having a fixed flow rate corresponding to the fixed flow rate part of the flow rate of an ultrapure water and the second flow rate content having a varying flow rate corresponding to a residual flow rate part when the specific resistant value of the ultrapure water is regulated by dissolving the gaseous CO₂ into the ultrapure water.

SOLUTION: A part of the gaseous CO₂ circulating in a cylindrical body 12 is penetrated and dissolved to the ultrapure water by penetrating a hydrophobic permeating membrane into a treating tank 11 in which the ultrapure water having the fixed flow rate is circulated. Then the specific resistant value of the ultrapure water is detected with a specific resistant value sensor 31 and solenoid valves 22a-22d are switched and controlled by a controller 32. In this case, one valve among each solenoid valve 22a-22d is always opened and remainders are controlled to be opened or closed, and the always opened solenoid valve is in charge of the first flow rate content of the gaseous CO₂ and the remaining each solenoid valve is in charge of the second flow rate content of the gaseous CO₂, and the specific resistant value of the ultrapure water is regulated within a prescribed range by controlling in accordance with a flow rate variation of the ultrapure water.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

23.07.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

Translation of Claim 1 of JP 10-202242

Method for adjusting resistivity of ultra-pure water which comprises:

making carbon dioxide gas flow through a passage formed with hydro-phobic permeation membrane disposed in a treating room, through the membrane carbon dioxide gas being permeable and through said room ultra-pure water being made to flow continually at a constant flow rate,

making carbon dioxide gas dissolve into the ultra-pure water which flows through the treating room by making a portion of the carbon dioxide gas which flows through the passage permeate through the membrane; wherein

dividing the flow rate of the carbon dioxide gas which is made to flow through the passage into two flow rate portions, the first flow rate portion being a constant flow rate portion, the constant flow rate being determined in accordance with the constant flow rate portion of the total flow rate of the ultra-pure water which flows through the treating room, the second flow rate portion being a fluctuating flow rate portion, the fluctuating flow rate being determined in accordance with the flow rate of remaining portion of the flow rate of the ultra-pure water obtained by subtracting the flow rate of the constant flow rate portion of the ultra-pure water from the total flow rate of the ultra-pure water which flows through the treating room; and wherein

the flow rate of the second flow rate portion of the carbon dioxide gas is controlled in accordance with the flow rate of the remaining portion of the ultra-pure water.

Translation of page 2, column 1, lines 43 to 49 of JP 10-202242

【Problem to be solved by the invention】 In the method of adjusting the resistivity, the purity of the ultra-pure water is maintained by making the ultra-pure water in the treatment room flow always to prevent the residence of the water in the treatment room as minimum as possible. In adopting this method, it is necessary to control the flow rate of carbon dioxide gas through the passage (formed with the hydro-phobic membrane for permeating carbon dioxide gas) with a high accuracy in accordance with the fluctuation of the flow rate of the ultra-pure water, because the flow rate of supplying the ultra-pure water fluctuates.

Note by translator: In order to describe more clearly the context of the description, the phrase in the parenthesis was added referring to the description in the preceding paragraph which was not translated.

(စာ. ၀၈) ၂၄၃၂၇

【特許請求の範囲】

【請求項1】一定流量の超純水を常時流通させる処理室内に配設された疎水性で炭酸ガスを透過させる疎水性透過膜にて形成された流通路に炭酸ガスを流通させて、炭酸ガスの一部を同流通路を構成する疎水性透過膜を透過させることにより、前記処理室内を流通する超純水に炭酸ガスを溶解させて超純水の比抵抗値を調整する超純水の比抵抗調整方法において、前記流通路に流通させる炭酸ガスの流量を、前記処理室内に流通させる超純水の流量のうちの一定流量部に対応して設定される一定流量である第1の流量分と、前記超純水の流量の一定流量部を除く残余の流量部に対応して設定される変動流量である第2の流量分とに分けて、炭酸ガスの第2の流量分を前記超純水の残余の流量部に対応して制御することを特徴とする超純水の比抵抗調整方法。

【請求項2】請求項1に記載の超純水の比抵抗調整方法において、前記炭酸ガスの第2の流量分を全流量分の60%～95%とすることを特徴とする超純水の比抵抗調整方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、超純水に炭酸ガスを溶解して、超純水の比抵抗値を調整するための比抵抗調整方法に関する。

【0002】

【従来の技術】超純水は、半導体の製造工程において基板の洗浄に使用されるが、超純水の比抵抗値が高い場合には基板に静電気が発生して、基板に絶縁破壊が生じたり、微粒子が付着する等の不都合が生じる。このため、基板の洗浄水として使用される超純水は、その使用に先だって比抵抗処理して、その比抵抗値を所定の範囲に調整することが好ましい。超純水の比抵抗値を調整する方法の一例としては、特公平5-21841号公報に示されている比抵抗調整方法がある。

【0003】当該比抵抗調整方法は、一定流量の超純水を常時流通させる処理室内に配設された疎水性で炭酸ガスを透過させる疎水性透過膜にて形成された流通路に炭酸ガスを流通させて、炭酸ガスの一部を同流通路を構成する疎水性透過膜を透過させることにより、前記処理室内を流通する超純水に炭酸ガスを溶解させて超純水の比抵抗値を調整する方法である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】ところで、当該比抵抗調整方法においては、超純水を処理室内を常に流通させて処理室内での滞留をできるかぎり防止することにより超純水の純度を保持しているが、この方式を採用する場合には超純水の供給流量が変動することから、超純水の変動量に対応して炭酸ガスの流通路への流量を精度よく制御する必要がある。

【0005】炭酸ガスの流量の制御には、流通路へ供給

する炭酸ガスの流量が微量であることから高い精度が要求され、精度の高い制御バルブを比例制御または開閉制御する手段が採られる。この場合、炭酸ガスの流量制御は、処理室内に供給される超純水の全流量を基準とするものであって、制御幅が大きくて制御の精度が必ずしも良くない。このため、超純水の比抵抗値の調整精度は、必ずしも良いものとはいえない。

【0006】従って、本発明の目的は、当該比抵抗調整方法において、超純水の比抵抗値の調整精度を向上させることにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は超純水の比抵抗調整方法に関し、特に、一定流量の超純水を常時流通させる処理室内に配設された疎水性で炭酸ガスを透過させる疎水性透過膜にて形成された流通路に炭酸ガスを流通させて、炭酸ガスの一部を同流通路を構成する疎水性透過膜を透過させることにより、前記処理室内を流通する超純水に炭酸ガスを溶解させて超純水の比抵抗値を調整する超純水の比抵抗調整方法を対象するものである。

【0008】しかして、本発明は上記した比抵抗調整方法において、前記流通路に流通させる炭酸ガスの流量を、前記処理室内に流通させる超純水の流量のうちの一定流量部に対応して設定される一定流量である第1の流量分と、前記超純水の流量の一定流量部を除く残余の流量部に対応して設定される変動流量である第2の流量分とに分けて、炭酸ガスの第2の流量分を前記超純水の残余の流量部に対応して制御することを特徴とするものである。

【0009】本発明に係る超純水の比抵抗調整方法においては、前記炭酸ガスの第2の流量分を全流量分の60%～95%とすることができる。

【0010】

【発明の作用・効果】本発明に係る超純水の比抵抗調整方法においては、処理室内の流通路に流通させる炭酸ガスの流量を、処理室内に流通させる超純水の流量のうちの一定流量部に対応して設定される第1の流量分（一定流量分）と、超純水の流量の一定流量部を除く残余の流量部に対応して設定される第2の流量分（変動流量分）とに分けて、炭酸ガスの第2の流量分を超純水の残余の流量部に対応して制御する手段を採っている。

【0011】このめ、超純水の制御の対象としている変動部分の流量が少なく、超純水に流量変動が生じた場合の炭酸ガスの流量の制御幅が小さく、超純水の比抵抗値の調整精度を向上させることができる。

【0012】

【発明の実施の形態】

（比抵抗調整装置）図1には、本発明に係る超純水の比抵抗調整方法を実施するため使用される比抵抗調整装置の一例が示されている。当該比抵抗調整装置は、処理槽11、および処理槽11内に配設された疎水性透過膜に

て形成された筒体12を備えている。処理槽11は本発明の処理室を構成し、かつ筒体12は本発明の疎水性膜にて形成された流通路を構成しているもので、処理槽11には、その入口に超純水の供給管路13aが接続されているとともに、その出口に流出管路13bが接続されており、また筒体12には、その入口に炭酸ガスの供給管路14aが接続されているとともに、その出口に流出管路14bが接続されている。

【0013】当該比抵抗調整装置においては、炭酸ガスの供給管路14aにガス流量調整機構20が介装されており、また超純水の流出管路13bには比抵抗値を検出するための比抵抗値センサー31が介装されている。ガス流量調整機構20は、互いに並列する4本の流路21a~21dを備え、各流路21a~21dにはそれぞれ電磁バルブ22a~22dと、ガスフィルター23a~23dとが介装されている。各電磁バルブ22a~22dは電磁式の開閉バルブであり、また各ガスフィルター23a~23dはガス透過量をそれぞれ異にするもので、例えば第1ガスフィルター23aの透過量を1とした場合に、第2ガスフィルター23bの透過量は1/2に、第3ガスフィルター23cの透過量は1/4に、第4ガスフィルター23dの透過量は1/8にそれぞれ設定されている。

【0014】ガス流量調整機構20においては、コントローラ32からの動作信号に基づいて各電磁バルブ22a~22dの開閉動作が制御されて、筒体12内への炭酸ガスの流量が制御されるもので、コントローラ32は比抵抗値センサー31からの検出信号に基づいて各電磁バルブ22a~22dに対して動作信号を出力する。

【0015】（比抵抗調整方法）当該比抵抗調整装置を使用して超純水の比抵抗値を調整するには、被処理水である一定の温度の超純水を供給管路13aを通して一定の圧力、一定の流量で処理槽11内に供給するとともに、流出管路13bを通して流出させ、かつ筒体12内へは炭酸ガスをガス流量調整機構20を通して供給するとともに、ガス流出管路14bを通して流出させる。

【0016】この間、筒体12内を流通する炭酸ガスの一部が疎水性透過膜を透過して処理槽11内に侵入して超純水に溶解し、超純水の比抵抗値を所定の値に低下させる。また、この間、処理槽11から流出する超純水の比抵抗値は比抵抗値センサー31により常時検出され、コントローラ32では、この検出信号に基づいて各電磁バルブ22a~22dに対して動作信号が出力されて、筒体12内への炭酸ガスの供給量が適正に制御され、超純水の比抵抗値が設定された所定の範囲に調整される。

【0017】しかし、当該比抵抗調整方法においては、ガス流量調整機構20を構成する各電磁バルブ22a~22dのいずれか1個を常時開放状態に設定して、筒体12内へは常に所定量の炭酸ガスを供給して流通させる手段を採用しており、かかる炭酸ガスの供給量を考

慮して、ガス流量調整機構20では筒体11内への炭酸ガスの供給量を制御する手段が採られている。

【0018】すなわち、当該比抵抗調整方法において、筒体12に流通させる炭酸ガスの流量を、処理室11内に流通させる超純水の流量のうちの一定流量部に対応して設定される一定流量である第1の流量分と、超純水の流量の一定流量部を除く残余の流量部に対応して設定される変動流量である第2の流量分とに分けて、炭酸ガスの第2の流量分を、超純水の残余の流量部に対応して制御する手段を採っている。炭酸ガスの第2の流量分は、炭酸ガスの全流量分の20%~80%の範囲内である。

【0019】従って、ガス流量調整機構20においては、各電磁バルブ22a~22dのうちのいずれか1個が常時開放状態とされ、残りの電磁バルブを開閉制御する手段が採られる。常時開放された電磁バルブは炭酸ガスの第1の流量分を受持ち、残りの各電磁バルブが炭酸ガスの第2の流量分を受持ち、これらの各電磁バルブが超純水の流量の変動に対応して炭酸ガスの流量を制御する。

【0020】このように、当該比抵抗調整方法によれば、処理室11内の筒体12に流通させる炭酸ガスの流量を、処理室11内に流通させる超純水の流量のうちの一定流量部に対応して設定される第1の流量分（一定流量分）と、超純水の流量の一定流量部を除く残余の流量部に対応して設定される第2の流量分（変動流量分）とに分けて、炭酸ガスの第2の流量分を超純水の残余の流量部に対応して制御する手段を採っているため、超純水の制御の対象としている変動部分の流量が少なく、超純水に流量変動が生じた場合の炭酸ガスの流量の制御幅が小さく、超純水の比抵抗値の調整の精度を向上させることができる。

【0021】（実験）本実験では、図1に示す比抵抗調整装置を使用し、かつ筒体12としてポリプロピレン製の疎水性透過膜にて形成された筒体12を使用して、超純水の比抵抗値を調整する実験を試みた。

【0022】本実験においては、水温25.3℃で比抵抗値が17.5MΩ・cmの超純水を用い、超純水を12l/minの流量で処理室11内を流動させ、この間炭酸ガスを0.8kg/cm²の圧力でガス供給管路14aに供給して筒体12内に流し、超純水の比抵抗値を0.1MΩ・cmに調整した。この間、超純水の流量を2分間だけ12l/minから3分間2l/minに低減して、また2分間12l/minに戻すことによって、超純水の全体の流量を変動させた。

【0023】なお、比抵抗値センサー31は流出管路13bにおける処理槽11側の接続部から400mm下流側に設置している。

【0024】また、本実験においては、ガス流量調整機構20を構成する全ての電磁バルブ22a~22dを開閉制御する第1制御方法と、第1電磁バルブ22aを常

時開放し、残りの各電磁バルブ22b～22dを開閉制御する第2制御方法との2通りの制御方法を採用した。なお、第1電磁バルブ22aを常時開放させる場合、炭酸ガス圧力は 0.8 kg/cm^2 で、流量 60 cc/min となる。

【0025】第2制御方法においては、処理室11内に流通させる超純水の流量のうちの 2 l/min の流量を一定流量部とし、これに対応する炭酸ガスの流量である 90 cc/min の流量を第1電磁バルブ22aを通して供給するように設定し、超純水の流量の一定流量部を除く残余の流量部を 10 l/min の流量として、これに対応する炭酸ガスの流量である 350 cc/min の流量を第2電磁バルブ22b～第2電磁バルブ22dを通して、制御された状態で供給するように設定している。

【0026】これらの2通りの制御方法において、超純水の流量の変化時に示す比抵抗値の変動状態を図2

(a)、(b)のグラフに示す。これらのグラフにおいて、同図(a)に示すグラフは第2制御方法の場合であり、同図(b)に示すグラフは第1制御方法の場合であって、各グラフを参照すれば明らかなように、同図

(a)に示す第2制御方法の場合は比抵抗値の変動幅が小さい。このことは、第2制御方法を採用した場合には、第1制御方法を採用した場合に比較して炭酸ガス供給量の変動幅を小さくし得て、超純水の比抵抗値をより精度よく調整できることを意味している。

【0027】超純水流量が 2 l/min の時の比抵抗値の変動は、炭酸ガスを供給して比抵抗値を測定し、さらに炭酸ガスを供給して比抵抗値を測定し、さらに炭酸ガスの供給量を変えるという動作のハンチングである。これは、超純水流量が少ない時に発生する現象である。一般的には、超純水流量が変動した時には、超純水の比抵抗値は一時的に変動するが、すぐに設定された比抵抗値に復帰して一定となるものである。

【図面の簡単な説明】

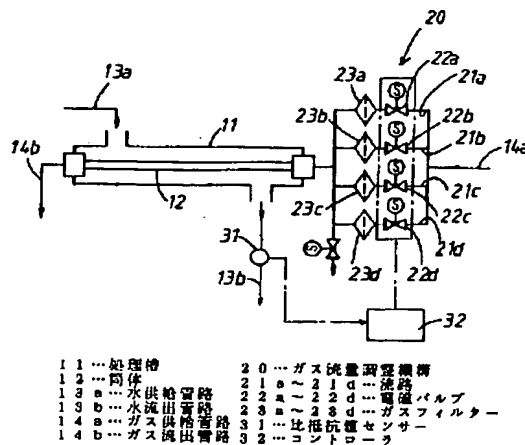
【図1】本発明に係る超純水の比抵抗調整方法を実施するために使用する比抵抗調整装置の一例を示す概略構成図である。

【図2】超純水の比抵抗調整方法における比抵抗値の変動量を示すグラフで、同図(a)は超純水の一定流量を除く残余の流量を制御の対象として炭酸ガスを制御した場合の比抵抗値の変動量の状態、同図(b)は供給される超純水の全量を基準として炭酸ガス量を制御した場合の比抵抗値の変動量の状態を示す。

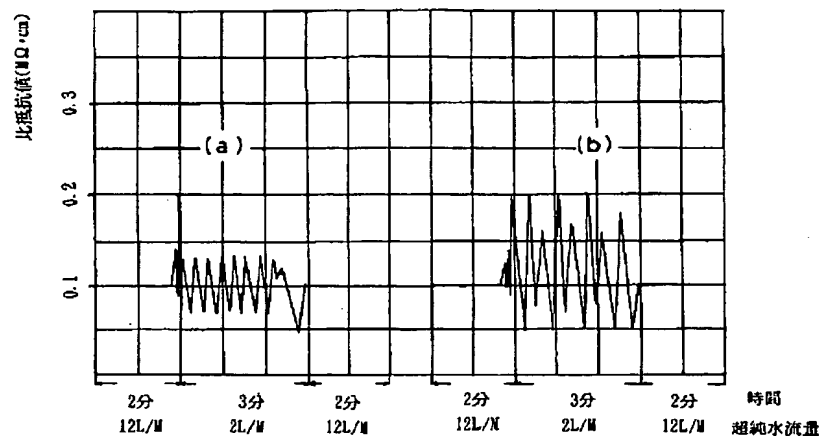
【符号の説明】

11…処理槽、12…筒体、13a…水供給管路、13b…水流出管路、14a…ガス供給管路、14b…ガス流出管路、20…ガス流量調整機構、21a～21d…流路、22a～22d…電磁バルブ、23a～23d…ガスフィルター、31…比抵抗値センサー、32…コントローラ。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁶

G 0 5 F 1/00

H 0 1 L 21/304

識別記号

3 4 1

F I

G 0 5 F 1/00

H 0 1 L 21/304

Z

3 4 1 S

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.